

(19)



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets

(11) Numéro de publication:

0 201 412
A1

(12)

DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

(21) Numéro de dépôt: 86400937.8

(51) Int. Cl.⁴: **A 23 G 3/00, A 23 G 3/26,**
A 61 K 9/36

(22) Date de dépôt: 29.04.86

(30) Priorité: 30.04.85 FR 8506579

(71) Demandeur: **Roquette Frères, F-62136 Lestrem (FR)**

(43) Date de publication de la demande: 12.11.86
Bulletin 86/46

(72) Inventeur: **Boursier, Bernard, 63, route d'Estaires,**
F-62138 Violaines (FR)

(84) Etats contractants désignés: **BE CH DE GB IT LI NL SE**

(74) Mandataire: **Koch, Gustave et al, Cabinet**
PLASSERAUD 84, rue d'Amsterdam, F-75009 Paris (FR)

(54) **Produit de confiserie ou pharmaceutique à revêtement sans sucre obtenu par dragéification dure et son procédé de préparation.**

(57) **Produit de confiserie ou pharmaceutique à revêtement sans sucre obtenu par dragéification dure, ce revêtement étant essentiellement cristallisé et comportant au moins 90% en poids de maltitol.**

EP 0 201 412 A1

864009378.
0201412

1

Produit de confiserie ou pharmaceutique à revêtement
sans sucre obtenu par dragéification dure
et son procédé de préparation.

5

L'invention a pour objet un produit de confiserie ou pharmaceutique à revêtement sans sucre obtenu par dragéification dure.

10

Elle vise également le procédé de préparation de ce produit.

La dragéification dite "dure" se distingue de la dragéification dite "tendre" en ce sens que la matière constitutive du revêtement est cristallisée, l'eau contenue dans ladite matière étant évaporée.

15

On connaît déjà des produits de confiserie, c'est-à-dire des chewing-gums, pâtes à mâcher, bonbons et réglisses, et des produits pharmaceutiques sous forme de tablettes, comprimés ou bonbons à revêtement sans sucre obtenus par dragéification dure.

20

Dans ces produits, le revêtement sans sucre obtenu par dragéification dure est à base de xylitol et, dans une moindre mesure, à base de mannitol.

25

Plus récemment, la Société Demanderesse a mis au point un procédé de dragéification dure permettant, contre toute attente, de réaliser un revêtement du genre en question à base de sorbitol.

30

Ce procédé et le produit résultant donnent toute satisfaction mais, en raison des besoins sans cesse croissants des industries pharmaceutiques et de la confiserie en produits à revêtement sans sucre obtenus par dragéification dure, la Société Demanderesse a poursuivi ses recherches et a eu le mérite de trouver qu'il était possible de réaliser un revêtement du genre en question à base de maltitol.

35

Il s'ensuit que le produit de confiserie ou pharmaceutique à revêtement sans sucre obtenu par dragéifica-

tion dure, conforme à l'invention, est caractérisé par le fait que ledit revêtement est essentiellement cristallisé et comporte au moins 90 % en poids de maltitol.

Et le procédé de préparation du susdit produit est caractérisé par le fait que l'on applique un sirop de maltitol

- d'une richesse en maltitol supérieure à 92 %, de préférence à 95 % en poids sur matière sèche, et plus préférentiellement supérieure à 96 %,

10 - d'une teneur en matières sèches de 50 à 70 % en poids, de préférence de 55 à 65 % en poids et

- d'une température inférieure à 70°C et, de préférence de 45 à 65°C,

sur un lit en mouvement de noyaux à dragéifier, la température régnant dans ledit lit de noyaux en mouvement étant inférieure à 55°C et de préférence de 20 à 40°C,

15 l'ensemble des susdites conditions étant choisies, à l'intérieur des gammes susmentionnées, de telle manière que, lorsque le sirop de maltitol arrive au contact des noyaux à dragéifier, c'est-à-dire à la température régnant au sein du lit de noyaux en mouvement, il se trouve à un niveau de saturation de 0,70 à 0,90 et, de préférence, de 0,75 à 0,90.

Le fait que l'ensemble des susdites conditions, sélectionnées comme indiqué, conduise à un revêtement de dragéification dure à base de maltitol de qualité satisfaisante était d'autant plus inattendu que, contrairement à ce qui se passe dans le cas de la dragéification dure au saccharose --disaccharide comme le maltitol et de comportement voisin à celui du maltitol dans de nombreux autres domaines-- la sursaturation entraînée par ces conditions n'est pas élevée alors que l'on devait normalement s'attendre à ce que la sursaturation nécessaire à l'obtention d'une dragéification dure de bonne qualité soit voisine dans le cas des deux disaccharides en question.

On rappelle que, par l'expression "niveau de saturation", on désigne le rapport, pour une température donnée, de la concentration du sirop exprimée en grammes de maltitol pour 100 cm³ d'eau, sur la limite de solubilité du maltitol, à la température donnée, également exprimée en grammes de maltitol pour 100 cm³ d'eau.

Dans le tableau I, on a réuni pour un certain nombre de températures, les valeurs de la limite de solubilité du maltitol (exprimée en g/100 cm³).

TABLEAU I

t °C	Limite de solubilité (en g/100 cm ³)
20	153
25	170
30	181
35	193
40	210
45	226
50	241

L'invention pourra être encore mieux comprise à l'aide du complément de description qui suit et des exemples qui sont donnés en rapport avec des modes de réalisation avantageux.

Se proposant, par conséquent, de fabriquer les produits de dragéification conformes à l'invention, on s'y prend comme suit ou de façon équivalente.

Des noyaux à dragéifier du type confiserie ou produit pharmaceutique, "sans sucre" ou non, sont maintenus sous forme d'un lit en mouvement dans une cuve tournante de dragéification de type conventionnel et équipée de moyens de contrôle de la température intérieure.

On applique, par exemple par pulvérisation, sur ladite masse de noyaux en mouvement un sirop de maltitol dont la température est inférieure à 70°C et, de préférence, de 45 à 65°C.

Le sirop de maltitol mis en oeuvre présente une concentration en matières sèches de 50 à 70 % en poids, de préférence de 55 à 65 % en poids.

La richesse de ce sirop en maltitol est supérieure à 92 %, de préférence à 95 %, et, plus préférentiellement encore, à 96 % en poids sur matière sèche.

La température régnant dans le lit de noyaux en mouvement est maintenue à une valeur inférieure à 55°C, de préférence de 20 à 40°C.

On choisit la concentration en matières sèches du sirop de maltitol et la température du lit de noyaux à l'intérieur des susdites gammes de telle manière que, lorsque le sirop de maltitol arrive au contact des noyaux à enrober, il se trouve à un niveau de saturation de 0,70 à 0,90, de préférence de 0,75 à 0,90.

Un exemple de sirop de maltitol ayant donné satisfaction est celui de composition suivante :

maltitol	:	97,1 % en poids.
sorbitol	:	1,1 % en poids
maltotriitol	:	1,8 % en poids.

L'enrobage est effectué par cycles succesifs comprenant chacun une première phase d'addition du sirop de maltitol sur le lit de noyaux et une seconde phase pendant laquelle on arrête l'addition tout en maintenant la rotation de la cuve et la température régnant au sein de la masse de noyaux, l'enveloppe dont ont été enrobés les noyaux étant séchée et polie au cours de cette phase.

L'épaisseur de l'enveloppe est choisie en fonction notamment du noyau à dragéifier ou des effets recherchés.

Pour fixer les idées, on peut réaliser un revêtement de par exemple environ 0,5 mm d'épaisseur en effectuant successivement de 15 à 30 additions, ce qui, compte tenu de la durée d'une addition et du laps de temps séparant la fin d'une addition du début de la suivante conduit à une durée totale de l'opération de dragéification de l'ordre de 3 à 7 heures.

- après réchauffage à 75°C, la gomme base est malaxée dans un pétrin du type KUSTNER muni d'une circulation d'eau chaude, en présence de la phase liquide constituée par le sirop de glucose hydrogéné ; au cours de cette étape, la phase solide constituée par le sorbitol poudre est ajoutée progressivement par petites quantités ; on incorpore finalement les arômes et colorants,

- après poudrage de la pâte au mannitol, on effectue le laminage de la pâte et son découpage en coussinets de forme rectangulaire et d'un poids nominal moyen de 0,9 g.

On place 500 g de ces coussinets dans une drageuse de laboratoire du type "LILLIPUT" commercialisée par la Société FROGERAIS, équipée d'une soufflerie d'air régulé permettant de maintenir constante la température du lit de coussinets, et d'une sonde thermométrique positionnée dans le lit.

La drageuse est animée d'une vitesse de rotation comprise entre 22 et 25 tours/minute.

Le sirop d'enrobage à base de maltitol est maintenu à une température constante dans un bain-marie thermostaté et il est ajouté par charges successives (cycles) de 13 à 30 g de sirop, l'introduction se faisant en quelques secondes toutes les 3 à 7 minutes. Ce temps, séparant la fin d'une introduction de l'introduction suivante, permet de réaliser la cristallisation du maltitol et l'évaporation de l'eau.

Le sirop de maltitol utilisé pour l'enrobage est essentiellement constitué de maltitol et d'une certaine teneur en sorbitol et maltotriitol.

Avant de déterminer par quatre séries d'expériences successives les conditions optimales du procédé de dragéification dure au maltitol conforme à l'invention, on a procédé à deux expériences comparatives, consistant à opérer dans les conditions de la dragéification dure au saccharose et au sorbitol.

a) Expériences comparatives

Le sirop de maltitol utilisé est d'une richesse de 95 % en maltitol, de 1,6 % de sorbitol et de 3,4 % en maltotriitol.

5 Les conditions de la première expérience comparative (celles de la dragéification dure au saccharose) et de la seconde (celles de la dragéification dure au sorbitol), ainsi que les résultats obtenus, sont précisés dans le tableau II.

10

TABLEAU II

	N° de l'expérience	1	2
	richesse du sirop	95 %	95 %
15	matière sèche du sirop	80 %	70 %
	température du lit en mouvement	30°C	30°C
	température du sirop	80°C	40°C
	nombre de cycles	10-15	10-15
20	poids de sirop mis en oeuvre en grammes environ	180	180

Dans les deux cas, les produits dragéifiés obtenus ne donnent pas satisfaction ; des défauts de surface très prononcés sont apparus et s'expliquent par une cristallisation très lente et irrégulière, ce qui montre qu'il n'est pas possible d'obtenir une dragéification dure au maltitol répondant aux exigences de la pratique en reprenant simplement, ce qui était a priori logique, les conditions connues avant tout pour la dragéification dure au saccharose.

30

b) Expériences effectuées en vue de la détermination des conditions optimales de richesse en maltitol du sirop utilisé.

35 A l'aide de quatre sirops de maltitol de richesses différentes, on a réalisé, dans des conditions par ailleurs identiques et à l'aide de l'appareillage précédem-

ment décrit, les expériences 3 à 6 dont les conditions et les résultats sont reportés dans le tableau III.

La ligne réservée aux appréciations permet, à l'aide du symbolisme suivant, de définir la qualité de la dragéification obtenue.

	mauvais	ooo
	très médiocre	oo
	médiocre	o
	acceptable	x
10	bon	xx
	très bon	xxx

Les quatre sirops de maltitol mis en oeuvre sont à 60 % de matières sèches et présentent une richesse en maltitol respectivement de 92, 95, 96 et 97 %.

TABLEAU III

	N° de l'expérience	3	4	5	6
	richesse du sirop	92 %	95 %	96 %	97 %
20	matière sèche du sirop	60 %	60 %	60 %	60 %
	température du lit en mouvement	30°C	30°C	30°C	30°C
	température du sirop	50°C	50°C	50°C	50°C
25	nombre de cycles	10-15	10-15	10-15	10-15
	poids de sirop mis en oeuvre	250 g	250 g	250 g	250 g
	niveau de saturation	0,76	0,79	0,80	0,83
	appréciation	oo	o	xx	xxx

On constate qu'à 96 et 97 % de richesse, les dragéifications obtenues sont tout à fait correctes, la cristallisation du maltitol s'est réalisée de manière très régulière et nécessite seulement un temps de séchage légèrement supérieur dans le cas du sirop à 96 % de richesse. Les produits correspondants présentent une croustillance et une saveur sucrée agréable.

Pour les sirops à 95 et 92 % de richesse, dans ces conditions, les chewing-gums ont tendance à coller entre eux, la cristallisation est difficile et les temps de séchage sont longs, ces défauts s'accroissant dans le cas du sirop à 92 %.

c) Expériences effectuées en vue de la détermination des conditions optimales de teneur en matières sèches du sirop utilisé.

Un sirop d'une richesse de 97 % en maltitol a été testé pour six teneurs en matières sèches différentes, à savoir respectivement 45, 50, 55, 60, 65 et 70 %, ce qui correspond aux expériences 7 à 12.

Les conditions et les résultats de ces essais sont donnés dans le tableau IV.

15

TABLEAU IV

	N° de l'expérience	7	8	9	10	11	12
	richesse du sirop	97 %	97 %	97 %	97 %	97 %	97 %
20	matière sèche du sirop	45 %	50 %	55 %	60 %	65 %	70 %
	nombre de cycles	10-15	10-15	10-15	10-15	10-15	10-15
	poids de sirop mis en oeuvre	333 g	300 g	275 g	250 g	230 g	214 g
25	niveau de saturation	0,44	0,53	0,80	0,83	0,99	1,25
	appréciation	o	x	xx	xxx	x	oo

On obtient de bons résultats pour des teneurs en matières sèches de 50 à 65 % et de très bons résultats pour des matières sèches de 55 à 60 %.

Au-delà de 65 %, la cristallisation est irrégulière et des défauts de surface apparaissent ; au-dessous de 50 %, les chewing-gums sont collants et les temps de séchage importants.

35

d) Expériences effectuées en vue de la détermination des conditions optimales du point de vue de la température régnant au sein du lit de novaux en mouvement.

5 On met en oeuvre un sirop de maltitol à 60 % de matières sèches et d'une richesse de 97 % en maltitol.

Dans les 6 expériences (n° 13 à 18) effectuées avec ce sirop, la dragéification a été réalisée à autant de températures différentes au sein du lit en mouvement,
10 le sirop d'alimentation étant maintenu à 50°C.

Les conditions et les résultats de ces essais sont reportés dans le tableau V.

TABLEAU V

15	N° de l'expérience	13	14	15	16	17	18
	température du lit	10°C	15°C	20°C	30°C	40°C	50°C
	nombre de cycles	10-15	10-15	10-15	10-15	10-15	10-15
20	poids de sirop mis en oeuvre	250 g	250 g	250 g	250 g	250 g	250 g
	niveau de saturation	1,07	1	0,95	0,81	0,69	0,60
	appréciation	oo	o	x	xxx	xx	o

25 Il apparaît à l'examen de ces résultats que l'on a intérêt à maintenir la température du lit entre 20 et 40°C.

Dans ces conditions, les produits obtenus présentent une bonne cristallinité de la couche ainsi qu'une
30 excellente stabilité au stockage.

En raison du ramollissement des coussinets, on n'a pu procéder à aucune expérience à des températures supérieures à 50°C.

35 e) Expériences effectuées en vue de la détermination des conditions optimales du point de vue de la température du sirop.

On a effectué six expériences (19 à 24) en utili-

sant le sirop des expériences 13 à 18, la température du lit ayant été maintenue à 30°C.

Les autres paramètres des essais et les résultats obtenus sont regroupés dans le tableau VI.

TABLEAU VI

5

10

15

N° de l'expérience	19	20	21	22	23	24
température du sirop	40°C	45°C	50°C	60°C	65°C	70°C
nombre de cycles	10-15	10-15	10-15	10-15	10-15	10-15
poids de sirop mis en oeuvre	250 g	250 g	250 g	250 g	250 g	250 g
niveau de saturation	0,81	0,81	0,81	0,81	0,81	0,81
appréciation	o	xx	xxx	xx	o	oo

20

Au vu de ces résultats, on constate qu'il est préférable de travailler dans les conditions de l'expérience avec un sirop de maltitol maintenu à une température de 45 à 60°C.

25

Au-delà de 60°C, après ajout du sirop, dans un premier temps, les chewing-gums collent entre eux puis il se produit une cristallisation rapide mais irrégulière ; au-dessous de 40°C, la répartition de la couche cristalline devient moins bonne et les temps de séchage augmentent sensiblement.

* * *

30

A l'examen de l'ensemble des résultats obtenus dans les expériences 3 à 24, il apparaît que, pour obtenir une dragéification de qualité, il y a lieu d'opérer à un niveau de saturation de 0,7 à 0,9.

* * *

EXEMPLE 2

35

Dragéification dure de produits de compression.

Les noyaux à dragéifier ont été préparés à l'aide

d'une presse rotative à haut rendement du type P 1000, commercialisée par la Société WILHELM FETTE GmbH.

Le produit utilisé est constitué par du sorbitol poudre de marque NEOSORB[®] 20/60, aromatisé à la menthe et comportant 0,3 % en poids d'un lubrifiant constitué par du stéarate de magnésium.

Les comprimés de sorbitol ainsi préparés, d'un poids moyen de 0,5 g, sont ronds et biconcaves.

On en utilise 500 g.

La dragéification est conduite au moyen de l'appareillage précédemment utilisé pour la dragéification des chewing-gums ; on a chaque fois procédé à 10-15 ajouts, espacés de 10 minutes chaque fois, de 15 g de maltitol.

Comme le montrent les résultats des 10 expériences (25 à 34) réalisées avec ces comprimés et rassemblés dans le tableau VII, la dragéification de ces comprimés donne des produits de qualité, dans la mesure où l'on maintient les conditions de niveau de saturation établies pour la dragéification des chewing-gums.

Les produits obtenus présentent une bonne cristallinité de couche, une bonne stabilité au stockage et une certaine croustillance lors de la dégustation.

TABLEAU VII

N° de l'expérience	25	26	27	28	29	30	31	32	33	34
richesse du sirop	97 Z	97 Z	97 Z	96 Z	97 Z	97 Z	97 Z	92 Z	97 Z	97 Z
matière sèche du sirop	45 Z	60 Z	55 Z	60 Z	60 Z	50 Z	45 Z	60 Z	60 Z	60 Z
température du lit	30°C	30°C	30°C	30°C	40°C	30°C	30°C	30°C	50°C	60°C
niveau de saturation	0,44	0,83	0,8	0,8	0,69	0,53	0,44	0,76	0,60	0,48
appréciation	o	xxx	xxx	xx	xx	x	o	oo	o	ooo

EXEMPLE 3

Dragéification dure de bonbons "sucre cuit" du type "sans sucre".

5 On a préparé des bonbons de sucre cuit en évaporant jusqu'à une humidité résiduelle de 0,5 % un hydrolysat d'amidon hydrogéné, commercialisé sous la marque LYCASIN[®] 80/55.

10 Ces bonbons ont été mis sous forme de sphères d'un diamètre moyen de 1,5 cm et d'un poids moyen de 0,9 g.

Pour la dragéification, on a utilisé le matériel et les conditions de mise en oeuvre décrites plus haut. La température du lit a été dans tous les cas maintenue à une valeur inférieure ou au plus égale à 60°C, cette valeur
15 étant imposée par la matière constitutive des noyaux.

Le sirop d'une richesse de 97 % en maltitol est ajouté à 10-15 reprises à raison de chaque fois 13 g toutes les 10 minutes à une quantité de 500 g de bonbons.

20 On a procédé à 4 expériences (35 à 38) et les conditions et résultats portés dans le tableau VIII confirment qu'il est possible de réaliser la dragéification au maltitol de bonbons cuits, à condition de travailler dans les conditions de niveau de saturation établies dans le cas des chewing-gums et dans celui des comprimés.

25 TABLEAU VIII

N° de l'expérience	35	37	38	39
matière sèche du sirop	70 %	60 %	55 %	50 %
30 température du lit	30°C	40°C	30°C	30°C
température du sirop	50°C	50°C	50°C	50°C
niveau de saturation	1,25	0,69	0,8	0,53
35 appréciation	o	xx	xxx	x

Comme il va de soi et comme il résulte d'ailleurs
déjà de ce qui précède, l'invention ne se limite nullement
à ceux de ses modes d'application et de réalisation qui
ont été plus spécialement envisagés ; elle en embrasse, au
5 contraire, toutes les variantes.

10

15

20

25

30

35

REVENDICATIONS

1. Produit de confiserie ou pharmaceutique à revêtement sans sucre obtenu par dragéification dure, caractérisé par le fait que ledit revêtement est essentiellement cristallisé et comporte au moins 90 % en poids de maltitol.

2. Procédé de préparation d'un produit de confiserie ou pharmaceutique à revêtement sans sucre obtenu par dragéification dure, caractérisé par le fait que l'on applique un sirop de maltitol

- d'une richesse en maltitol supérieure à 92 %, de préférence à 95 % en poids sur matière sèche, et plus préférentiellement supérieure à 96 %,

- d'une teneur en matières sèches de 50 à 70 % en poids, de préférence de 55 à 65 % en poids et

- d'une température inférieure à 70°C et, de préférence de 45 à 65°C,

sur un lit en mouvement de noyaux à dragéifier, la température régnant dans ledit lit de noyaux en mouvement étant inférieure à 55°C et de préférence de 20 à 40°C,

l'ensemble des susdites conditions étant choisies, à l'intérieur des gammes susmentionnées, de telle manière que, lorsque le sirop de maltitol arrive au contact des noyaux à dragéifier, c'est-à-dire à la température régnant au sein du lit de noyaux en mouvement, il se trouve à un niveau de saturation de 0,70 à 0,90 et, de préférence, de 0,75 à 0,90.



Office européen
des brevets

BEST AVAILABLE COPY

RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

0201412

Numéro de la demande

EP 86 40 0937

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int. Cl.4)
Y	FR-A-2 467 597 (ROQUETTE FRERES) * Page 1, lignes 20-25,32-35; page 15, lignes 13-17; page 4, lignes 28-33 *	1,2	A 23 G 3/00 A 23 G 3/26 A 61 K 9/36
X	FR-A-2 522 250 (NABISCO BRANDS) * Revendication 2; exemples 1-3; page 5, lignes 4-16; page 4, lignes 25-31 *	1,2	
Y,X	US-A-4 238 510 (LIFE SAVERS) * Colonne 2, lignes 33-37; revendications 1,21; exemples 1,2 *	1,2	
A	FR-A-2 486 364 (LIFE SAVERS)		DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. Cl.4)
A	US-A-4 381 318 (M.J. LYNCH)		A 23 G A 61 K
A	US-A-4 293 570 (KALMAN VADASZ)		
A	US-A-4 357 314 (M.J. LYNCH)		
Le présent rapport de recherche a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche LA HAYE		Date d'achèvement de la recherche 04-08-1986	Examineur GUYON R.H.
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES			
X : particulièrement pertinent à lui seul		T : théorie ou principe à la base de l'invention	
Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie		E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date	
A : arrière-plan technologique		D : cité dans la demande	
O : divulgation non-écrite		L : cité pour d'autres raisons	
P : document intercalaire		& : membre de la même famille, document correspondant	